FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW, GARRETT & DUNNER, L. L. P.

1300 I STREET, N. W. WASHINGTON, DC 20005-3315

202 • 408 • 4000 FACSIMILE 202 • 408 • 4400

WRITER'S DIRECT DIAL NUMBER:

011-813-3431-6943 DDIIGGEI G

011-322-646-0353

(202) 408-4020

September 7, 2000

ATTORNEY DOCKET NO.: 08038.0024

Box Patent Application Assistant Commissioner for Patents Washington, D.C. 20231

New U.S. Patent Application

Title: SEMICONDUCTOR DEVICE AND METHOD OF MAKING IT

being a Continuation of PCT International Application No. PCT/JP00/01664.

filed March 17, 2000.

Inventor: Noriaki FUKIAGE

Sir:

ATLANTA

404.653.6400

PALO ALTO

650 • 849 • 6600 0

> We enclose the following papers for filing in the United States Patent and Trademark Office under 35 U.S.C. 111(a) as a Continuation application of PCT International Application No. PCT/JP00/01664, filed March 17, 2000, which claimed priority of Japanese Patent Application No. 1999-76224, filed March 19, 1999.

> The application, which is not in the English language is enclosed, for filing in the United States Patent and Trademark Office in connection with the abovereferenced application in accordance with 37 C.F.R. §1.52(d) and §608.01 of the MPEP, Filing of Non-English Language Applications:

- 1. A check for \$730.00 representing a \$690.00 filing fee and \$40.00 for recording the Assignment.
- 2. Non-English Application - 21 pages, including 1 independent claim and 13 claims total.
- 3 Drawings - 15 sheets of drawings containing 21 figures.



FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW, GARRETT & DUNNER, L.L.P. Assistant Commissioner for Patents September 7, 2000

- . Page 2
- 4. Declaration and Power of Attorney.
- Recordation Form Cover Sheet and Assignment to <u>TOKYO ELECTRON</u> LIMITED.
- Information Disclosure Statement and Information Disclosure Citation, PTO 1449 with cited documents attached

Applicant claims the right to priority based on Japanese Patent Application No. 1999-76224, filed March 19, 1999.

An English translation of the non-English language papers will be filed in the U.S. Patent and Trademark Office within the required time period.

Please accord this application a serial number and filing date and record and return the Assignment to the undersigned.

The Commissioner is hereby authorized to charge any additional filing fees due and any other fees due under 37 C.F.R. § 1.16 or § 1.17 during the pendency of this application to our Deposit Account No. 06-0916.

Respectfully submitted.

FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW, GARRETT & DUNNER, L.L.P.

David W. Hill Reg. No. 28,220

> ERNEST F. CHAPMAN Reg. No. 25,961

DWH/FPD/rgm Enclosures

明 細 書



半導体装置及びその製造方法

技術分野

本発明は、配線層を銅により形成した半導体装置において、配線層から絶縁膜 への銅の拡散を防止する技術に関する。

発明の背景

半導体デバイスの高集積化を図るために、パターンの微細化、回路の多層化といった工夫が進められており、そのうちの一つとして配線を多層化する技術がある。多層配線構造をとるためには、n番目の配線層とn+1番日の配線層との間を導電層で接続すると共に、導電層以外の領域は層間絶縁膜と呼ばれる薄膜が形成される。

従来より配線層としてはアルミニウム(A1)層が用いられているが、近年A1 より低抵抗であり、エレクトロマイグレーションに強い銅(Cu)を配線材料として用いることが検討されている、このCuは拡散係数がA1よりもはるかに大きく、シリコン及び酸化膜中に拡散しやすい。

このためCuを配線に使用する場合には、デバイスへのCu拡散を防ぐために、絶縁膜とCu配線層との間に例えば200オングストローム程度の厚さのバリア膜を形成する必要がある。バリア膜の材料としては、TiN、TaN、WN等を用いることが考えられているが、近年の半導体デバイスの集積度の向上に伴ってビアホール等のアスペクト比が大きくなってきていることから、よりカバレッジの良い WC_xN_y を用いることが提案されている(例えば特開平10-209073号参照)。

ここに開示された技術は、WF。、W(N(CH $_3$))。もしくはW(N(C $_2$ H $_3$))。等のWを含む原料ガスとCH $_4$ 等の炭化水素ガスと、窒化プラズマ等の窒素供給源とを反応させて、アモルファス構造のWC $_3$ N $_3$ の薄膜を堆積させるというものであ

る。

しかしながら上述の方法で得られる WC_xN_y 膜は、アモルファス構造であるため、温度に応じてアモルファス構造から結晶化し、この膜の構造変化によってバリア性が劣化してしまうという問題がある。

発明の開示

本発明の目的は、バリア性の高い銅拡散防止膜を備えた半導体装置及びその製造方法を提供することにある。

上記目的を達成するため、本発明は、基板上に形成された絶縁膜と、この絶縁 膜上に形成された銅よりなる配線層と、タングステンと炭素と窒素とを含む結晶 質の膜からなり、配線層から絶縁膜へ銅が拡散することを防止するために、絶縁 膜と配線層との間に形成された銅拡散防止膜と、を備えた半導体装置を提供する。

鋼拡散防止膜は、X線回折において36度以上38度以下の第1の位置と、42度以上44度以下の第2の位置とにピークを有する結晶質の膜であることが好ましい。鋼拡散防止膜の結晶性が高いほどバリア性は高くなる。結晶性はピークの半値幅で表現することができる。鋼拡散防止膜は、前記36度以上38度以下の第1の位置のピークの半値幅が3.2度以下であることが好ましく、前記42度以上44度以下の第2の位置のピークの半値幅が2.6度以下であることが好ましい。

なお、銅拡散防止膜は、タングステンと炭素とを含む膜により形成してもよい。また、本発明は、タングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスをブラズマ化し、このプラズマにより、タングステンと炭素と窒素とを含み、X線回折において、36度以上38度以下の第1の位置と、42度以上44度以下の第2の位置とにピークを有する結晶質の銅拡散防止膜を形成する工程を含む半導体装置の製造方法であって、銅拡散防止膜を形成する際のプロセス温度を250℃以上、好ましくは250℃~500℃とした半導体装置の製造方法を提供する。

更に、本発明は、タングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスをプラズマ化 し、このプラズマにより、タングステンと炭素と窒素とを含み、X線回折におい て36度以上38度以下の第1の位置と、42度以上44度以下の第2の位置と にピークを有する結晶質の銅拡散防止膜を形成する工程を含む半導体装置の製造 方法であって、銅拡散防止膜を形成する際のプロセス圧力を10pa以下、好ま しくは5pa以下とした半導体装置の製造方法を提供する。

ここで、前記のタングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスは、炭化水素ガスを含んでいることが好ましい。なおこの場合、炭化水素ガスは多重結合を有したものであることが好ましい。また、前記のタングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスが、炭素とフッ素との化合物ガスを含んでいることも好適である。

本発明による方法を実施する際には、高周波と磁界の相互作用によりプラズマを発生させ、このプラズマを用いてガスをプラズマ化することが好適である。

図面の簡単な説明

- 図1は、本発明の半導体装置の一例の構造の一部を示す断面図である。
- 図2は、本発明の半導体装置の製造方法の一例を示す工程図である。
- 図3は、本発明の半導体装置の製造方法の一例を示す工程図である。
- 図4は、本発明の半導体装置の製造方法の一例を示す工程図である。
- 図 5 は、WCN膜の成膜処理を行うためのECRプラズマ装置を示す断面図である。
 - 図6は、WCN膜のX線回折の測定結果を示すグラフである。
 - 図7は、C2H4流量と半値幅との関係を示すグラフである。
 - 図8は、C2H4流量と半値幅とCuに対するバリア性との関係を示す表である。
 - 図9は、半導体装置のSIMS分析の結果を示すグラフである。
 - 図10は、Cuに対するバリア性の評価方法を説明するための模式図である。
 - 図11は、炭化水素ガスと半値幅とCuに対すバリア性との関係を示す表である。
 - 図12は、カバレッジを説明するための断面図である。
 - 図13は、WCN膜とWN膜のカバレッジを比較するための表である。
 - 図14は、WCN膜とWN膜の密着性を比較するための表である。
 - 図15は、WCN膜のCとNの組成比と密着性との関係を示す表である。

図16は、WCN膜のCとNの組成比と密着性との関係を示すグラフである。

図17は、CF4流量とカバレッジとめ関係を示す表である。

図18は、半導体装置のSIMS分析の結果を示すグラフである。

図19は、WCN膜の成膜処理を行うための平行平板形プラズマ装置の構成を 概略的に示す図である。

図20は、プロセス温度およびプロセス圧力と得られるWCN膜の比抵抗との 関係を説明するグラフである。

図21は、結晶性と比抵抗との関係を示す表である。

好適な実施形態の説明

まず、本発明による半導体装置の具体的構造について図1を参照して説明する。この図は半導体装置の一部を示すものである。図中の符号 $11\sim14$ は、SiO2膜からなり、例えば5000オングストローム程度の厚さの層間絶縁膜である。符号15, 16は例えば5000 オングストローム程度の厚さのCu層からなる配線層である。符号17, 18は、Cu層よりなり、Cu配線層15, 16 の間を接続する接続層である。

またCu配線層 15, 16やCu接線層 17, 18とSiO $_2$ 膜 11~14との間、つまりCu配線層 15, 16やCu接線層 17, 18の側壁及び底壁には、WとCとNとを含む結晶質の膜であるWCN膜よりなり、例えば 200 オングストローム程度の厚さの銅拡散防止膜であるパリア膜 2が形成されている。さらにこの例では上下に隣接するSiO $_2$ 膜同士の間に例えば 200 オングストローム程度の厚さのSiN膜 19が形成されている。

続いてこのような半導体装置の製造方法の一例について図2~図4を参照して説明する。まず図2(a)に示すように、基板3の表面にSi〇z膜11を形成する。このSi〇z膜11は例えば後述するECR(電子サイクロトロン共鳴)を利用したECRプラズマ装置(図5参照)において、例えばプラズマガスとしてArガス、成膜ガスとしてSiH4ガスとOzガスとを用い、当該成膜ガスをプラズマ化することにより形成される。

ここでECRプラズマ処理が行われるECRプラズマ装置について図5を用いて簡単に説明する。プラズマ室4Aと成膜室4Bとからなる真空容器4の内部には、高周波電源部41から導波管42及び透過窓43を介して例えば2.45 GHzの高周波(マイクロ波)Mが供給される。プラズマ室4Aの周囲と成膜室4Bの下部側にそれぞれ設けられた主電磁コイル44aと補助電磁コイル44bとにより、プラズマ室4Aから成膜室4Bに向かい、ECRポイントP付近にて磁場の強さが875ガウスとなる磁場Bが形成される。こうして磁場Bとマイクロ波Mとの相互作用により前記ECRポイントPにて電子サイクロトロン共鳴が生じる。

この装置でSiO2膜11を形成するときには、予め所定の真空雰囲気に維持された、真空容器4内の成膜室4Bに設けられた載置台45上に基板、例えば半導体ウエハ(以下「ウエハ」という)10を載置する。そして、プラズマ室4Aにプラズマガス供給管48を介してプラズマガス、例えばArガスを導入する。そして高周波電源部41から真空容器4内に例えば2.45GHzのマイクロ波Mを供給すると共に、主電磁コイル44aと補助電磁コイル44bとにより磁場Bを形成する。続いて成膜室4Bに成膜ガス供給部49を介して成膜ガスを導入し、この後、載置台45に高周波電源部46よりパイアス電圧を印加する。こうして成膜ガスを電子サイクロトロン共鳴によりプラズマ化して成膜処理を行う。

続いて SiO_2 膜11にCu接続層17を形成するための処理を行う。この処理では、まず図2(b)に示すように、 SiO_2 膜11表面のCuの接続線を形成しようとする部分にCuを埋め込むためのピアホール31を形成する。このピアホール31は SiO_2 膜11の表面に所定のパターンを形成し、図示しないエッチング装置においてエッチング処理を行うことにより形成される。

この後図2 (c) に示すように、ビアホール3 1 が形成された SiO_2 膜1 1 の表面全体にWCN膜2 を形成する。そのときには、プラズマガスとして例えば Ar (アルゴン) ガス、成膜ガスとしてタングステン (W) と窒素 (N) と水素 (H) と炭素 (C) とを含むガス、例えばWF。ガスと N_2 ガスと C_2 H $_4$ ガスと H_2 ガスとを用いる。具体的なプロセス条件の一例は、マイクロ披電力 2.7~kW、

主電磁コイル電流83A、補助電磁コイル電流0A、導入ガスの流量がWF6/N2/C2H4/H2/Ar=8.3/8.3/8.3/83.3/100 (いずれも単位はsccm)、ウエハ温度330 $^{\circ}$ 、プロセス圧力0.27Paである。このプロセス条件下にて前記成膜ガスをプラズマ化し、このプラズマを用いてSiO2膜11の表面全体にピアホール31の内壁面も含めてWCN膜2を形成する。

本発明はバリア膜としてWCN膜、特に結晶質のWCN膜を用いることに特徴がある。WCN膜の組成はWC $_x$ N $_y$ で示されるものであるが、本明細書では便宜上WCN膜と記載している。なお、WCN膜の組成は各成膜ガスの流量比を変えることにより所定の範囲に設定することができる。

次いで図2 (d) に示すように、WCN膜2等の表面にCu層32を形成して、ビアホール31にCuを埋め込む処理を行う。その後、図2 (e) に示すように、図示しないCMP装置においてCMP処理(研磨処理)を行ない、SiO2膜11の表面の不要なCu層32とWCN膜2、つまりビアホール31の内壁面以外のWCN膜2を研磨して除去する。こうしてSiO2膜11に形成されたビアホール31にWCN膜2を介してCuを埋め込み、Cu接続層17を形成する。

続いてこのようにCu接続層17が形成された SiO_2 膜11の表面にCu配線層15を形成するための処理を行う。この処理ではまず図3(a)に示すように、 SiO_2 膜11の表面にSiN膜19を形成する。この処理は前記ECRプラズマ装置を用いて、プラズマガスとしてArガス、成膜ガスとして SiH_4 ガスと N_2 ガスとを用い、成膜ガスをプラズマ化することにより行われる。

次に図3 (b) に示すように、例えば図2 (a) に示す工程と同様の手法にて、SiN膜19の表面に SiO_2 膜12を形成する。この際 SiO_2 膜11と SiO_2 膜12との間にはSiN膜19が介装されているので、Cu接続層17から SiO_2 膜12へのCuの拡散が防止される。

次いで図3 (c) に示すように、例えば図2 (b) に示す工程と同様の手法にて、 SiO_2 膜1 2表面のCuの配線を形成しようとする部分にCuを埋め込むためのトレンチ3 3を形成する。続いて図4 (a) に示すように、例えば図2 (c)

に示す工程と同様の手法にて、トレンチ 33 が形成された SiO_2 膜 12 の表面全体にWCN層 2 を形成する。

この後図4 (b) に示すように、WCN膜2の表面にCu層34を形成して、トレンチ33にCuを埋め込む処理を行った後、図4(c)に示すように、CMP処理を行なってCu配線層15を形成する。

このようにして製造された半導体装置では、WCN膜2からなるバリア膜が形成されているので、後述の実験結果から明らかなように、Cu配線層15やCu接続層17から層間絶縁膜であるSiO。膜11等へのCuの拡散が防止される。このため絶縁膜へのCuの拡散が原因となる素子のダメージが抑えられ、半導体装置の信頼性が高められて、半導体装置の質が向上する。

ここで、実際にWCN膜を形成し、その膜の特性をX線回折法により測定してみた。なお、WCN膜は、図5に示すECRプラズマ装置を用いて、マイクロ波電力2.7kW、主電磁コイル電流83A、補助電磁コイル電流0A、導入ガスの流量がHF。/N2/C2H4/H2/Ar=8.3/8.3/4.2/83.3/100(いずれも単位ははsccm)、ウエハ温度330 $^{\circ}$ 、プロセス圧力0.26Paのプロセス条件で形成した。その結果、このWCN膜は結晶質であることが確認された。つまりX線回析法にて、CuのX線管球を使用してWCN膜を測定したところ、図6に示すように、36.577度と42.363度にピークを持つスペクトルが得られた。

WCN膜の詳細な構造は不明ではあるが、W2NのピークはASTMデータにより37.77度と43.89度に現れることが知られている。W $_2$ N構造にCが含まれることにより、構造が変化してピーク位置がシフトし、数度離れた位置にピークが現れると考えられるので、この2つのピークはWCNに起因するものと推察され、これにより当該WCN膜は結晶構造を有することが理解される。またピーク高さを $_1$ とした場合、その半分の高さ $_2$ 0のところの幅をいう半値幅は、36.577度のピークにおいては1.554度、42.363度のピークにおいては0.841度であった、

続いてWCN膜の結晶性と銅拡散防止性(バリア性)との関係を確認するため

なお、バリア性は、下記の方法で評価した。すなわち、まずシリコン基板上に 500オングストロームの厚さのWCN膜を上記プロセス条件で成膜し、この WCN膜の上に5000オングストロームの厚さのCuをスパッタ法にて成膜した サンブルを作成した。このサンブルをN₂雰囲気中で600℃の温度で30分アニールしたものについてSIMS(二次イオン質量分析法)によりCu、WCNおよびSiの量の分析を行なった。また、同サンブルについてアニール後のCuの表面を顕微鏡で観察した。

その結果を図7、図8及び図9に示す。図7は、WCN膜に起因する36度~38度のピークすなわち「第1のピーク」および42度~44度のピークすなわち「第2のピーク」のそれぞれの半値幅と C_2H_4 の流量との関係を示している。図8は C_2H_4 の流量とWCN膜の結晶性とバリア性との関係を示している。図9はSIMSの分析結果を示している。

図8において、WCN膜の結晶性は、WCN膜に起因するX線回折における2つのピークの半値幅で示している。また、WCN膜のパリア性は、前述した顕微鏡観察により評価したものである。パリア性は○、△、×の三段階で評価した。○はパリア性が「優れている」、△はパリア性が「許容範囲内である」、×はパリア性が「悪い」ことをそれぞれ示している。図10はCuがシリコン基板まで拡散することによりCu表面にピットPが生じる様子を模式的に示したものである。図10(a)のようにCu表面にピットPが大量に発生している場合はパリア性が「悪い」(×)、図10(b)のようにピットPが少ない場合にはパリア性が「許容範囲内」(△)、図10(c)のようにピットPの発生が認められない場

合はバリア性が「優れている」(○)と評価した。

図7に示すように、 C_2H_4 の流量の増加に伴い、第1のピーク及び第2のピーク共に半値幅が大きくなることが確認された。ここで半値幅が狭いほど結晶性が良いためということは既知であり、 C_2H_4 の添加量が少ないほど結晶性が良好になることがわかる。

また図8より、第1のピークの半値幅が3.1以下の場合にはバリア性が許容範囲内であり、特に2.3以下の場合にはCuの拡散を防止できてバリア性が優れていることがわかる。また、第2のピークの半値幅が2.5以下の場合にはバリア性が許容範囲内であり、特に1.8以下の場合にはCuの拡散を防止できてバリア性が優れていることがわかる。既述のように半値幅が狭いほど結晶性が良いことから、結晶性が良好なWCN膜はCuに対するバリア性も良好であることがわかる。

さらに図9の分析結果では、機軸はサンブルの深さ方向の位置、縦軸は単位体 積中におけるCu等のイオンの数をそれぞれ示している。図9から、「CuはWC N膜の表面もしくはその途中まで存在するもののある深さで止まっており、Si基 板に相当する深さでは存在していない」ということがわかる。この結果からも CuはSi基板へは拡散しないことが認められ、WCN膜のバリア性が高いことが わかる。

このように結晶質のWCN膜はバリア性が良好である。その理由は、結晶の配列により膜が綴密になっており、Cuが通り抜けにくいためと考えられる。また結晶質であることから温度上昇に伴う膜の構造変化が起こらず、これによりバリア性の変化が起こらないからと考えられる。

ところで、上述のプロセスでは、WCN膜の成膜ガスとしてC₂H₄を添加しているが、このC₂H₄は二重結合を持つ炭化水素ガスである。ここで、このような二重結合や三重結合の炭化水素ガスを添加した場合のWCN膜の結晶性とパリア性への影響を確認する実験を行った。図5に示すECRプラズマ装置を用いて、マイクロ波電力2.0kW、主電磁コイル電流83A、補助電磁コイル電流0A、ウエハ温度330℃、プロセス圧力2.5~2.8Paのプロセス条件でWCN

膜を形成した。この際プラズマガスとしてArガスを用い、炭化水素以外の成膜ガスとしてWF。ガスと N_2 ガスと H_2 ガスを用い、炭化水素ガスとして一重結合を有する C_2H_6 ガス、二重結合を有する C_2H_6 ガスおよび三重結合を有する C_2H_2 ガスのいずれかを用いてWCN膜を形成した。導入ガスの流量はWF。 N_2 /炭化水素ガス/ H_2 /Ar=8.3/8.3/8.3/83.3/100(いずれも単位はSccm)とした。こうしてた得られた各々のWCN膜についてX線回折を行うと共に、上述の方法にTCMに対するバリア性を確認した。

その結果を図11に示す。第1および第2のピークとも半値幅は C。H。ガス<C。H4ガス<C。H6ガス

の順で大きくなることがわかった。すなわち二重結合や三重結合を持つ炭化水素 ガスを用いる方が一重結合持つ炭化水素ガスに比べて結晶性が良くなること、そ してこれに対応してCuに対するバリア性も向上することがわかる。

図8および図11に示す実験結果を併せて考察すると、Cuに対するバリア性に関しては、第1のピークの半値幅が3.2以下の場合にはバリア性が許容範囲内であり、特に2.3以下の場合にはバリア性が優れていること、第2のピークの半値幅が2.6以下の場合にはバリア性が許容範囲内であり、特に1.8以下の場合にはバリア性が優れていることがわかった。

上述の手法にて形成されたWCN膜は、バリア性のみならずカバレッジも良好である。ここでカバレッジとは、図12に示ように、凹部の肩部の膜厚をA、凹部の側壁の膜厚をB、凹部の底壁中央部の膜厚をCとしたときに、B/AおよびC/Aで示される指標であり、この値が大きい程カバレッジが良好ということになる。

ここで、従来からバリア膜として考えられていたWN膜とWCN膜とについて、アスペクト比が5.2(深さが 2.2μ m、幅が 0.425μ m)の凹部に対しての成膜カバレッジについて比較する実験を行った。

この際、WCN膜の成膜は、図5に示すECRプラズマ装置を用いて行い、プロセス条件は、マイクロ波電力2.7 kW、主電磁コイル電流83A、補助電磁コイル電流0A、導入ガスの流量がWF。/N2/C2/H4/H2/Ar=8.3/

8. 3/8. 3/83. 3/100 (いずれも単位はsccm)、ウエハ温度 330℃、プロセス圧力0. 27 Paとした。またWN膜の成膜は、同じECR プラズマ装置を用い、プロセス条件は、マイクロ波電力2. 7 kW、主電磁コイル電流83A、補助電磁コイル電流0A、導入ガスの流量がWF。/N2/H2/Ar=8. 3/8. 3/83. 3/100 (いずれも単位はsccm)、ウエハ温度330℃、プロセス圧力0. 27 Paとした。

その結果、A部の膜厚はWCN膜は2500 オングストロームであり、WN膜は1250 オングストロームであった。また各部位のカバレッジを図13 に示す。図中Dは凹部の底壁の側壁近傍の膜厚である。これにより凹部の全ての部位においてWCN膜の方がWN膜よりカバレッジが良好であることが認められた。

このようにカバレッジが良好である理由は次のように考えられる、WF。とN。 との反応について考察すると、

 WF_6+N_2 → $WN+NF_3$ ···式 (1)

 $WF_6+N_2+H_2$ →WN+HF ···式(2)

 $WF_6+N_2+C_2H_4\rightarrow WCN+HF$ ···式 (3)

となりWCN膜は式(3)の反応により形成され、WN膜は式(1)および式(2)の反応により形成される。

ここで反応の熱エネルギーの大きさは、式(1)>式(2)>式(3)であり、最も式(3)の反応が低い熱エネルギーであって熱反応が起こり易い。ところで上述のプロセスではWCN膜やWN膜をプラズマCVDにより成膜しているが、プラズマは凹部の側壁部(B部)には当たらないので、当該側壁部は熱反応で成膜される。従って、前記側壁部の成膜は、最も熱反応が起こりやすい式(3)の反応が有利であり、このためWCN膜の方がカバレッジが良好になると推察される。また凹部の肩部(A部)や底部(C部、D部)にはプラズマが当たり、このプラズマにより成膜されるが、前記側壁部のカバレッジ(B/A)を大きくすると、前記底部のカバレッジ(C/A, D/A)も大きくなるので、既述のように前記側壁部のカバレッジが問題となる。

このように凹部の側壁部のカバレッジが良好になると、当該側壁部のWCN膜

の膜厚が大きくなるので、Cu配線層と当該Cu配線層が形成されているSiO₂膜との間で、Cu配線層の横方向への拡散が抑えられるという効果が得られる。

さらに上述の手法にて形成されるWCN膜は絶縁膜に対する密着性が良好である。ここでWCN膜及びWN膜のSiO $_2$ 膜及びSiN膜に対する密着性について比較する実験を行った。ここで密着性の評価対象となる相手をSiO $_2$ 膜とSiN膜としたのは、図 $_1$ に示す半導体装置においてWCN膜と接触するのはこれらの膜だからである。

カバレッジの比較試験の際と同様のプロセス条件でWCN膜とWN膜とを形成し、スタッドプル法により密着力を測定した。その結果、図14に示す結果が得られ、SiO。膜及びSiN膜に対してはWCN膜の方が密着性が大きいことが認められた。このようにWCN膜の密着性が良好である理由は、WCN膜のCとSiO $_2$ やSiN膜のSiとの結合性が良く、WCN膜とSiO $_2$ 膜等との間にC-Si結合が生成され、この結合により両者の間の剥離が抑えられるためと考えられる。このようにSiO $_2$ 膜やSiN膜等のWCN膜が接触している絶縁膜との密着性が良好になると、両者の間の膜剥がれが抑えられるという効果が得られる。

続いてWCN膜のC及びNの組成比と密着性との関係を確認するために次のような実験を行った。ここでは、プラズマガスとしてArガス、成膜ガスとしてWF。ガスとC2H4ガスとN2ガスとH2ガスとを用いた。図5に示すECRプラズマ装置を用いて、プロセス条件、マイクロ波電力2.7kW、主電磁コイル電流83A、補助電磁コイル電流0A、ウエハ温度330℃、プロセス圧力0.27PaにてWCN膜を形成した。この際、WF。ガスの流量は8.3sccm(一

PaにてWCN膜を形成した。この際、WF。カスの流量は8.3sccm(一定)、H $_2$ ガスの流量は83.3sccm(一定)とし、C $_2$ H $_4$ ガスの流量を 0sccm $_4$ 1.7sccm、N $_2$ ガスの流量を0sccm $_4$ 1.7sccm、の範囲で変化させた。これにより、C $_2$ W比が0 $_4$ 1.23、N $_2$ W比が0 $_4$ 0.79の組成の異なるWCN膜を形成した。そして各条件にて作成したWCN膜のSiO。膜及びSiN膜に対する密着性を、スタッドブル法により測定した。

その結果を図15及び図16に示す。図16中縦軸はC/W比、横軸はN/W 比をそれぞれ示しており、(()) はSiO₂膜及びSiN膜に対する密着性が各々3 kpsi以上のであることを、(×)は3kpsi以下であることを示している。この結果より、WCN膜と SiO_2 膜及びSiN膜との間の密着性はC及びNの組成比に依存し、 SiO_2 膜及びSiN膜に対して3kpsi以上の密着性を得るためには、0.12<C/W<1.23の範囲、0<N/W<0.49の範囲に設定することが望ましいことがわかった。

また上述の手法で形成されたWCN膜は、WN膜に対して低抵抗である。このことを確認する試験を行った。カバレッジを評価した際と同一のプロセス条件で、1000 オングストロームの厚さのWCN膜とWN膜を形成した。そしてこれらWCN膜とWN膜のそれぞれ面内の49 ポイントについて比抵抗を測定した。その平均値は、WCN膜が $145\mu\Omega$ cm、WN膜は $237\mu\Omega$ cmであった。

なお、本発明のWCN膜は、成膜ガスのうちのCを含むガスとして、炭化水素ガスの代わりにCとFとの化合物ガス(以下「CF系ガス」という)例えばCF4ガスを用いてもよく、この場合にはカバレッジをさらに向上させることができる。ここで炭化水素ガスを用いてWCN膜を形成する場合と、CF系ガスを用いてWCN膜を形成する場合とについて、アスペクト比が5.2の凹部に対しての成 障力バレッジを比較する実験を行った。

C F 系ガスを用いてW C N 膜を形成する際には、図 5 に示す E C R プラズマ装置を用い、プロセス条件は、マイクロ波電力 2.7 k W、主電磁コイル電流 8 3 A、補助電磁コイル電流 0 A、導入ガスの流量がW F $_6$ /N $_2$ /C F $_4$ /H $_2$ /A r = 8.3 / 8.3 / 0 ~ 1 6.7 / 8 3.3 / 1 0 0 (いずれも単位は s c c m)、ウェハ温度 3 3 0 $^{\circ}$ C、プロセス圧力 2.5 ~ 2.7 P a とした。この際 C F $_4$ ガスの流量を 0 s c c m ~ 1 6.7 s c c m の範囲で変化させた。一方、炭化水素ガスを用いた場合のプロセス条件は、先に述べたカバレッジ評価試験の場合と同一とした。

その結果を図17に夫々示す。これによりCF系ガスを用いてWCN膜を形成ることにより、凹部の全ての部位においてカバレッジが向上することが認められた。この理由は、 C_9 H4よりもCF4の方が気相中でのWCN形成反応が少なく、表面反応が多くなっているためと考えられる。

またCF系ガスを用いて上記プロセス条件で形成したWCN膜についてX線回 折を行ったところ、前述した第1及び第2のピークが存在することが確認できた。 このことから、CF系ガスを用いた場合であっても結晶質のWCN膜を形成でき ることが確認できた。さらにこのWCN膜について、Сuのバリア性と、SiO₂膜 及びSiN膜に対する密着性を評価した。その結果、炭化水素ガスを用いた場合と 同様のバリア性と密着性を有することが認められた。

さらに本発明では、バリア膜をWC膜により形成するようにしてもよい。この WC膜はWとCとを含む膜をいい、膜の組成はWCxで示されるものであって、この組成は後述する成膜ガスの流量比を変えることにより所定の範囲に設定することができる。

このWC 膜は、例えば図5に示すECRプラズマ装置において、プラズマガスとして例えばArガス、成膜ガスとしてWとCとを含むガス、例えばWF。ガスと C2H4ガスとH2ガスとを用い、当該成膜ガスをプラズマ化することにより形成される。具体的には、マイクロ液電力2.7 kW、主電磁コイル電流83A、補助コイル電流0A、導入ガスの流量がWF。/C2H4/H2/Ar=8.3/8.3/50/100 (いずれも単位はsccm)、ウエハ温度330℃、プロセス圧力0.27Paのプロセス条件で形成することができる。

上述のプロセス条件でWC膜を生成した。このWC膜のCuのパリア性を確認するためにSIMS分析を行った。その結果、図18に示すように、CuはSi基板へは拡散しないことが認められた。これによりWC膜は、WCN膜と同様にパリア性が高いことが理解される。

さらに上述のプロセス条件で形成されたWC膜について、 SiO_2 およびSiN膜との密着性をスタッドプル法により測定した。その結果、 SiO_2 膜に対しては 5.8 k p s i 、SiN膜に対しては 6.2 k p s i であって、これらの膜に対してはWCN膜よりも高い密着性を有することがわかった。さらにまたこのWC膜について成膜カバレッジ評価したところWN膜よりもカバレッジが良好であることが認められた。

本発明による半導体装置では、層間絶縁膜としてSiOz膜の他に、SiOF膜や

CF膜等を用いるようにしてもよい。前記CF膜は低比誘電率の膜として着目されているが、密着性が低いという問題があるので、このCF膜とWCN膜との密着性について次のように評価した。

SiN膜の表面に7000オングストロームのCF膜を形成し、このCF膜の表面に1000オングストロームのWCN膜を形成したサンプルを作成した。WCN膜の表面にテープを貼って当該テープを剥がし、テープを剥がすときにCF膜とWCN膜との間で剥離が起こるかどうかを目視で確認した。比較のために、WCN膜の代わりにWN膜を形成したサンプルにても同様の評価を行った。

この結果CF膜とWCN膜との間では剥離が認められなかったが、CF膜とWN膜との間で剥離が認められ、WCN膜はWN膜よりもCF膜に対する密着力が大きいことがわかった。この際WCN膜とWN膜のプロセス条件は、上述のカバレッジの評価の場合と同様とした。またCF系ガスを用いて形成したWCN膜及びWC膜について同様の評価を行ったところ、これらの膜とCF膜との間では剥離が認められなかった。

このようにWCN膜とCF膜との密着性は良好であるが、CF膜等の層間絶縁膜との表面に数十オングストロームのWCN膜やWC膜を形成し、この表面にWN膜を形成するようにしても良好な密着性が得られる。

さらにまた本発明では、WCN膜の成膜ガスである、Wを含むガスとしては、WF。ガス以外にWCI。ガス、(C_8H_8) $_2WH_2$ ガス、[(CH $_8$) $_2N$]。 $_6W_2$ ガス、W[N (CH $_8$) $_2$]。 $_6$ ガス、W[N (C $_8H_8$) $_2$]。 $_6$ ガス、(C $_8H_7$ C $_8H_8$) $_2$ WH2 ガス等を用いることができる。また炭化水素ガスとしては、C $_2H_4$ ガス、C $_2H_2$ ガス、C $_2H_6$ ガス以外に、CH $_4$ ガスやC $_8H_6$ ガス、(C $_8H_8$) CH $_8$ ガス等を用いることができる。さらにNとHとを含むガスとしてNH $_8$ ガスを用いることができる。またCF系ガスとしては、CF $_4$ ガス以外に、C $_2$ F $_6$ ガス、C $_8$ F $_8$ ガス C $_8$ F $_8$ ガス、C $_8$ F $_8$ ガス C $_8$ F $_8$ グス C $_8$ F $_8$ F $_8$ グス C $_8$ F $_8$

また本発明の成膜プロセスでは、成膜初期にWとCとNとHとを含む成膜ガスを用いて成膜を行い、この後WとNとHとを含む成膜ガスを用いて成膜を行うようにしてもよい。この場合には絶縁膜の表面にはWCN膜が形成され、WCN膜の上面にWN膜が形成されることになるが、絶縁膜の表面にはWCN膜が形成されているのでカバレッジや絶縁膜との密着性が良好であり、またCuに対するバリア性も良好なものとなる。

さらに本発明では、プラズマ源としてECRを用いてWCN膜を形成したが、プラズマ源としては、例えばICP(Inductive Coupled Plasma)等と呼ばれている、ドーム状の容器に巻かれたコイルから電界及び磁界を処理ガスに与える方法等によりプラズマを生成する装置を用いてもよい。さらにヘリコン波プラズマ等と呼ばれている例えば13.56MHzのヘリコン波と磁気コイルにより印加された磁場との相互作用によりプラズマを生成する装置や、マグネトロンプラズマ等と呼ばれている2枚の平行なカソードにほぼ平行をなすように磁界を印加することによってプラズマを生成する装置を用いてもよい。

さらに、平行平板形と呼ばれている互いに対向する電極間に高周波電力を印加してプラズマを生成する装置を用いてもよい。ここで図19に示すような平行平板形プラズマ処理装置を用いてWCN膜を形成する試験を行った。まず、使用した平行平板形プラズマ処理装置について簡単に説明する。平行平板形プラズマ処理装置の真空容器51内の下部にはヒータ、静電チャック、および下部電極(図示せず)を有する載置合52が設けられている。載置合52の下部電極には、下部RF電源53によりRF電力が供給される。真空容器51内の上部には、上部RF電源55によりRF電力が供給される上部電極(図示せず)を有するシャワーへッド54が設けられている。真空容器51内は図示しない真空ポンプにより減圧することができるようになっている。また、図示しないガス供給源からシャワーヘッド54を介して真空容器51内に各種ガスを導入することができる。

WCN膜を成膜する際のプロセス条件は、上部電極に60MHzで1.5kW、 RF電力を与え、(下部電極にはRF電力は与えなかった)、導入ガスの流量が WF。/N2/C2H4/H2/Ar=8.3/8.3/4.2/83.3/100 (いずれも単位はsccm)、ウエハ温度360℃、プロセス圧力0.7Paとした。その結果、ECRプラズマ装置を用いた場合と、ほぼ等しい特性を持つWCN膜が得られることが確認できた。

また、図5に示すECRブラズマ装置を用いて、プロセス条件のうち、ウエハ温度を209~476℃の範囲で、プロセス圧力を0.33~20Paの範囲で変化させ、他のプロセス条件は、マイクロ波電力を2.7kW、主電磁コイル電流79A、補助電磁コイル電流0A、導入ガスの流量がWF。/N2/C2H4/H2/Ar=4.7/2.3/4.7/93/100(いずれも単位はsccm)で一定として、WCN膜の成膜を行った。その結果得られたデータに基づいて、比抵抗と第1および第2のピークとの関係を示したのが図21の表である。

まず、図21を参照すると、比抵抗が小さくなるほど、第1および第2のピークの半値幅が小さくなってゆくこと、すなわち膜の結晶性が高くなってゆくことがわかる。ここで、図21を図8と比較参照する。図8には、第1および第2のピークの半値幅がそれぞれ3.10および2.50の場合にパリア性が許容範囲であることが示されている。一方、図21には第1および第2のピークの半値幅がそれぞれ3.05および2.39の場合の比抵抗が347 μ Ωcmであることが示されている。このことから、比抵抗が少なくとも347 μ Ωcm以下の場合には、パリア性は許容範囲内にあることがわかる。また、値3.10と値3.05との差、値2.50と62.39の差を考慮すると、比抵抗は少なくとも35

 $0~\mu~\Omega$ c m以下であれば、許容できるバリア性を持ったW C N膜を得ることができると結論付けられる。また、図 8 には、第 1 および第 2 のピークの半値幅がそれぞれ 2.3 0 および 1.8 0 の場合にバリア性が優れていることが示されている。一方、図 2 1 には第 1 および第 2 のピークの半値幅がそれぞれ 2.3 1 および 1.6 5 の場合の比抵抗が 2 $75~\mu~\Omega$ c mであることが示されている。このことから、比抵抗が少なくとも 2 $75~\mu~\Omega$ c m以下の場合には、バリア性は優れていることがわかる。

以上の前提のもとで図20のグラフを検討する。図20のグラフにおいて、縦軸は比抵抗であり、横軸はプロセス圧力およびプロセス温度である。図20からわかるように、比抵抗を350 $\mu\Omega$ cm以下とするには、すなわち許容範囲のパリア性を有するWCN膜を得るためにはプロセス圧力を10Pa以下とすればよいことがわかる。また、プロセス圧力が5.8Paのときに比抵抗が274.7 $\mu\Omega$ cmとなることから、優れたパリア性を有するWCN膜を得るためにはプロセス圧力を5Pa以下とすればよいことがわかる。なお図20のグラフのみを見ると、WCN膜の結晶性を高めるためにはプロセス圧力は低いほどよいと思われるが、実際にはプロセス圧力が低すぎるとプラズマの生成に問題が生じてくるため、プロセス圧力は0.05Pa以上であることが好ましい。

同様に図20からわかるように、比抵抗を350 μ Ωcm以下とするには、すなわち許容範囲のパリア性を有するWCN膜を得るためにはプロセス温度を250℃以上とすればよいことがわかる。なお、優れたパリア性を有するWCN膜を得るためにはプロセス温度を300℃以上とすることが好ましい。なお、図20からはプロセス温度が高いほど優れたパリア性を有するWCN膜が得られることがわかるが、プロセス温度の上限は500℃以下とすることが好ましい。その理由は、WCN膜より前に形成される他の層、例えば下層のCu配線層、最下層のトランジスタのP等のドーブした拡散層の特性を変化させるからである。

請求の範囲

基板上に形成された絶縁膜と、

前記絶縁膜上に形成された銅からなる配線層と、

前記配線層から絶縁膜へ銅が拡散するのを防止するために、前記絶縁膜と前記 配線層との間に形成された銅拡散防止膜と、を備えたことを特徴とする半導体装 置。

- 2. 前記銅拡散防止膜は、X線回折において36度以上38度以下の第1の 位置と、42度以上44度以下の第2の位置とにピークを有する結晶質の膜であることを特徴とする、請求項1記載の半導体装置。
- 3. 前記銅拡散防止膜は、前記36度以上38度以下の第1の位置のピークの半値幅が3.2度以下である結晶質の膜であることを特徴とする、請求項2に記載の半導体装置。
- 4. 前記銅拡散防止膜は、前記42度以上44度以下の第2の位置のピーク の半値幅が2.6度以下である結晶質の膜であることを特徴とする、請求項2に 記載の半導体装置。
 - 5. 基板上に形成された絶縁膜と、

前記絶縁膜の上に形成された銅よりなる配線層と、

タングステンと炭素とを含む膜よりなり、前記配線層から前記絶縁膜へ銅が拡散するのを防止するために、前記絶縁膜と前記配線層との間に形成された銅拡散防止障と、を備えたことを特徴とする半導体装置。

6. タングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスをブラズマ化し、このプラズマにより、タングステンと炭素と窒素とを含み、X線回折において、36度以上38度以下の第1の位置と、42度以上44度以下の第2の位置とにピークを有する結晶質の銅拡散防止膜を形成する工程を含む半導体装置の製造方法であって、

前記銅拡散防止膜を形成する際のプロセス温度を250℃以上とすることを特 微とする半導体装置の製造方法。

- 7. 前記プロセス温度を250℃~500℃とすることを特徴とする、請求項6に記載の半導体装置の製造方法。
- 8. タングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスをプラズマ化し、このプラズマにより、タングステンと炭素と窒素とを含み、X線回折において36度以上38度以下の第1の位置と、42度以上44度以下の第2の位置とにピークを有する結晶質の銅拡散防止膜を形成する工程を含む半導体装置の製造方法であって、

前記銅拡散防止膜を形成する際のプロセス圧力を10pa以下とすることを特 衛とする半導体装置の製造方法。

- 9. 前記プロセス圧力を5pa以下とすることを特徴とする、請求項8に記載の半導体装置の製造方法。
- 10. タングステンと炭素と窒素と水素とを含む前記ガスは、炭化水素ガス を含むことを特徴とする、請求項6乃至9のいずれか一項にに記載の半導体装置 の製造方法。
- 11. 炭化水素ガスは多重結合を有することを特徴とする、請求項6乃至9 のいずれか一項に記載の半導体装置の製造方法。
- 12. タングステンと炭素と窒素と水素とを含むガスは、炭素とフッ素との 化合物ガスを含むことを特徴とする、請求項6乃至のいずれか一項に記載の半導 体装置の製造方法。
- 13. 高周波と磁界の相互作用によりプラズマを発生させ、このプラズマを 用いてガスをプラズマ化することを特徴とする請求項6万至9のいずれか一項に 記載の半導体装置の製造方法。

要 約 書

本発明は、Cuを配線材料として用いる場合に、絶縁膜へのCuの拡散を抑えることができる拡散防止膜を提供することを目的としている。この目的は拡散防止膜を結晶質のWCN膜により形成することにより達成される。このWCN膜は、X線回折において36度以上38度以下の第1の位置と、42度以上44度以下の第2の位置とにピークを有し、第1の位置のピークの半値幅が3.2度以下、第2の位置のピークの半値幅が2.6度以下である。このWCN膜はカバレッジが良好であるので、アスペクト比の高い凹部にも厚いバリア膜を形成することができる。

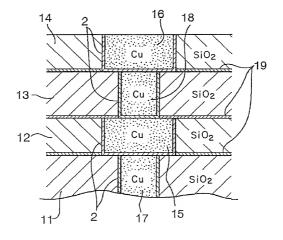
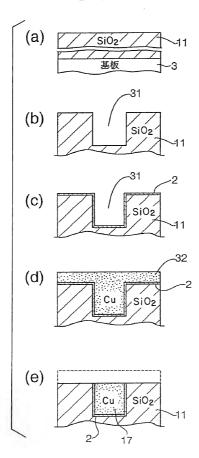


FIG. I



F I G. 2

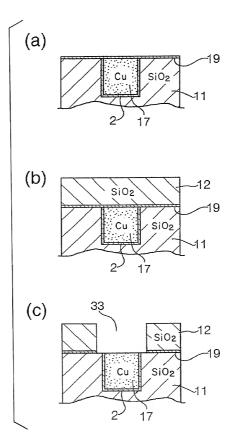
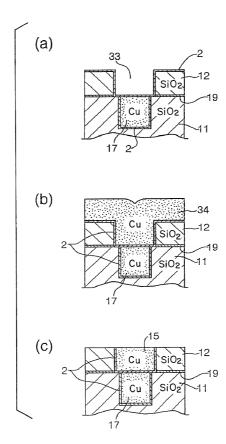
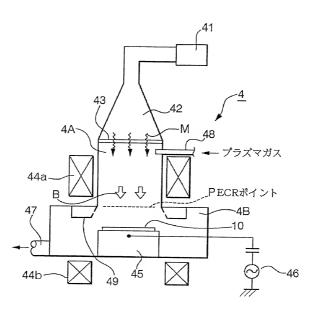


FIG. 3



F1G. 4



F I G. 5

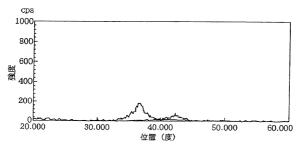


FIG. 6

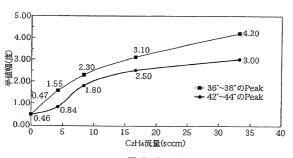
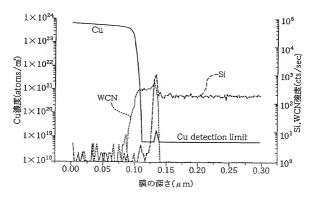


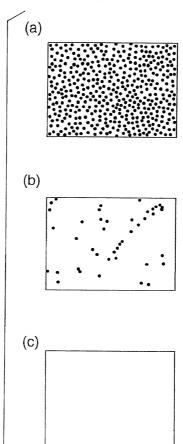
FIG. 7

	半値幅		
C2H4流量 (SCCM)	第1のピーク	第2のピーク	Cuに対する バリア性
0	0.46	0.47	0
4.2	1.55	0.84	0
8.3	2.30	1.80	0
16.7	3.10	2.50	Δ
33.3	4.20	3.00	×

FIG. 8



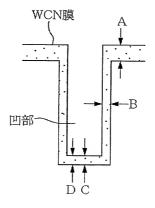
F1G. 9



F1G. 10

	半値幅		
ガス種	第1のピーク	第2のピーク	Cuに対する バリア性
C2H4 C2H6 C2H2	2.3 3.2 1.9	1.8 2.6 1.6	0 0

F1G.11



F I G. 12

	カバレッジ(%)		
	B/A	C/A	D/A
WCN	20	32	28
WN	16	24	20

F1G.13

	密着力(kpsi)	
	SiO ₂ SiN	
WCN	4.5	4.2
WN	2.3	1.8

FIG. 14

N/W比	C/W比	密着性(kpsi) SiO2
0	0	<1/<1
0	0.48	5.0/4.7
0	0.79	6.2/5.1
0	0.98	5.4/3.7
0	1.23	5.4/4.2
0.48	0	2.3/1.8
0.49	0.12	4.0/3.7
0.47	0.24	4.5/4.2
0.42	0.34	6.2/5.2
0.4	0.54	4.2/3.9
0.39	0.75	5.1/4.2
0.32	0.98	6.1/3.4
0.79	0	2.1/1.2
0.78	0.3	2.8/1.8
0.74	0.41	2.1/2.4
0.7	0.62	2.6/2.0

FIG. 15

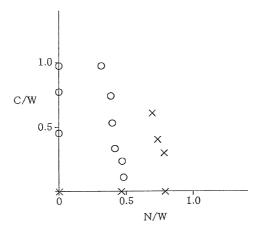
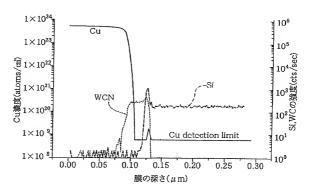


FIG. 16

CF4	A部	B部	C部	D部
0sccm	100%	16%	24%	20%
4.2sccm	100%	23%	36%	30%
8.3sccm	100%	27%	40%	34%
16.7sccm	100%	32%	45%	38%
C ₂ H ₄				
8.3sccm	100%	20%	32%	28%

F I G. 17



F1G. 18

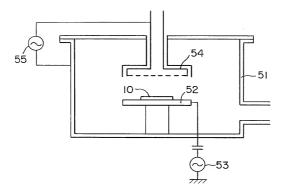


FIG. 19

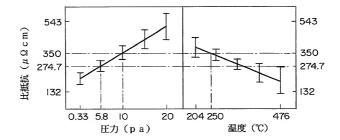


FIG. 20

比抵抗	半値幅	
(μΩcm)	第1のピーク	第2のピーク
189	1.62	0.91
275	2.31	1.65
347	3.05	2.39
420	4.02	2.98
491	4.78	3.52

FIG. 21

Patent and Trademark Office; U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE

Attorney's Ref. No.:

Declaration and Power of Attorney For Patent Application

特許出願宣言書及び委任状

Japanese Language Declaration

日本語宣言書

私は、以下に記名された発明者として、ここに下記の通り宣言 As a below named inventor, I hereby declare that: する:

私の住所、郵便の宛先そして国籍は、私の氏名の後に記載され た涌りである。

My residence, post office address and citizenship are as stated next to my name.

下記の名称の発明について特許請求範囲に記載され、且つ特許 が求められている発明主題に関して、私が最初、最先且つ唯一の 発明者である (唯一の氏名が記載されている場合) か、或いは最 初、最先且つ共同発明者である(複数の氏名が記載されている場 合)と信じている。

I believe I am the original, first and sole inventor (if only one name is listed below) or an original, first and joint inventor (if plural names are listed below) of the subject matter which is claimed and for which a patent is sought on the invention entitled

半導体装置及びその製造方法

SEMICONDUCTOR DEVICE AND METHOD OF MAKING IT

上記発明の明細書はここに添付されているが、下記の欄がチェ ックされている場合は、この限りでない:

the specification of which is attached hereto unless the following hox is checked:

―に提出され、米国出願番号または 特許協定条約 国際出願番号を ____ とし、 (該当する場合) ____ に訂正されました。

was filed on March 17, 2000 as United States Application Number or PCT International Application Number PCT/JP00/01664 and was amended on (if applicable).

私は、上記の補正書によって補正された、特許請求範囲を含む 上記明細書を検討し、且つ内容を理解していることをここに表明 of the above identified specification, including the claims, as する。

I hereby state that I have reviewed and understand the contents amended by any amendment referred to above.

私は、連邦規則法典第37編規則1.56に定義されている、 特許性について重要な情報を開示する義務があることを認める。

I acknowledge the duty to disclose information which is material to patentability as defined in Title 37, Code of Federal Regulations, Section 1.56.

Burden Hour Statement: This form is estimated to take 0.4 hours to complete. Time will vary depending upon the needs of the individual case. Any comments on the amount of time you are required to complete this form should be sent to the Chief Information Officer, Patent and Trademark Office, Washington, DC 20231, DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS, SEND TO: Commissioner of Patents and Trademarks. Washington, DC 20231

Priority Not Claimed

優先権主張なし

Japanese Language Declaration

(日本語官言書)

私は、ここに、以下に記載した外国での特許出願または発明者 証の出願、或いは米国以外の少なくとも一国を指定している米国 法典第35編第365条(4)によるPCT国際出願について、同 第119条(a)-(d)項又は第365条(b)項に基づいで侵失 権を主張するとともに、優先を主張する本出卵の出願日よりも 前の出願日を有する外国での特許出願または発明者証の出願、或 いはPCT国際出願については、いかなる出願も、下記の枠内を チェックすることにより示した。 I hereby claim foreign priority under Title 35, United States Code, Section 119 (a)-(d) or 365(b) of any foreign application(s) for patent or inventor's certificate, or 365(a) of any PCT International application which designated at least one country other than the United States, listed below and have also identified below, by checking the box, any foreign application for patent or inventor's certificate, or PCT International application having a filing date before that of the application on which priority is claimed.

Prior Foreign Application(s) 外国での先行出願

m c -> / u i i max			
1999-76224	Japan	19/March/1999	
(Number)	(Country)	(Day/Month/Year Filed)	
(番号)	(国名)	(出願年月日)	
	Japan		
(Number)	(Country)	(Day/Month/Year Filed)	
(番号)	(国名)	(出願年月日)	

私は、ここに、下記のいかなる米国仮特許出願ついても、その 米国法典第35編119条(e)項の利益を主張する。 I hereby claim the benefit under Title 35, United States Code, Section 119 (e) of any United States provisional application(s) listed below.

(Application No.) (Filing Date) (出願番号) (出願日)

(Application No.) (Filing Date) (出願番号) (出願日)

私は、ここに、下記のいかなる米国出頭についても、その米国 主魚第35届第120条に基づく利益を主張し、又米間を指定するいかなるPCT国際出頭についても、その同第365条(e)に 基が米国法典第35編第112条第1段に規定された態模で、先行 する米国特部出額又はPCT国際出版に開示されていない場合に おいては、その先行出頭の出頭日と本国内出頭日またはPCT国際出版 は一般に対して、その先行出頭の出頭日本国内出頭日またはPCT国際出頭 下級期間1、56に定義された特許性に関わる重要な情報について で調示義務があることを系数する。

I hereby claim the benefit under Title 35, United States Code, Section 120 of any United States application(s), or 365 (c) of any PCT International application designating the United States, listed below and, Insofar as the subject matter of each of the claims of this application is not disclosed in the prior United States or PCT International application in the manner provided by the first paragraph of Title 35, United States Code, Section 112, I acknowledge the duty to disclose information which is material to patentability as defined in Title 37, Code of Federal Regulations, Section 1.58 which became available between the filing date of the prior application and the national or PCT International filing date of applications.

PCT/JP00/01664	March 17, 2000
(Application No.)	(Filing Date)
(出願番号)	(出願日)
(Application No.)	(Filing Date)
Cottomer very ED 3	(11188 -1)

Pending
(Status: Patented, Pending, Abandoned)
(現況:特許許可済、係屬中、放棄済)
(Status: Patented, Pending, Abandoned)

(現況:特許許可洛、係屬中、放棄済)

私は、ここと表明された私自身の知識に係わる険故が填実であり、且つ情報と信することに基づく陳述が、真実であると信じられることを宣言し、さらに、放策に座協の陳述などを行った場合は、米国法典第18第1001条に基づき、司金または持禁、者しくはその両方により処置され、またそのような故管による虚偽の陳述は、本出願またはそれに対して発行されるいかなる特許も、その有効性に問題が生ずることを理解した上で陳述が行われたことを、ここに宣言する。

I hereby declare that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Titte 18 of the United States Code and that such willful false statements may

jeopardize the validity of the application or any patent issued

thereon.

書類送付先:

Patent and Trademark Office; U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE
Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to collection of information unless it displays a valid OMB control number.

Japanese Language Declaration

(日本語宣言書)

委任状: 私は本出願を審査する手続を行い、且つ米国特許商標 庁との全ての業務を遂行するために、記名された発明者として、 下記の弁護士及び、または弁理士を任命する。(氏名及び登録番号を記載すること)

Douglas B. Henderson, Reg. 20,291; Ford F. Farabow, Jr., Reg. 20,530; Arthur S. Garrett, Reg. 20,333; Donald R. Dunner, Reg. 19,073; Brian G. Funarsvold, Reg. 22,533; Tipton D. Jennings, IV. Reg. 20,645; Jenry D. Voight, Reg. 23,020; Laurence R. Hefter, Reg. 20,827; Kenneth E. Payne, Reg. 23,098; Horbert H. Mintz, Reg. 26,691; C. Larry O'Rourke, Reg. 26,014;

Albert J. Santorelli, Reg. 22,610; Michael C. Elmer, Reg. 25,857; Richard H. Smith, Reg. 20,909; Stephen L. Peterson, Reg. 26,325; John M. Gomary, Reg. 26,331; Bruce C. Sotter, Reg. 27,680; Dennir P. O'Reilley, Reg. 27,932; Allen M. Sokal, Reg. 26,695; Robert D. Bejefaky, Reg. 25,387; Richard L. Stroup, Reg. 28,478;

David W. Hill, Reg. 28,220; Thomas L. Irving, Reg. 28,619; Charles E. Lipsey, Reg. 28,165; Thomas W. Winland, Reg. 27,605; Basil J. Lewris, Reg. 28,318; Martin I. Fuchs, Reg. 28,508; E. Robert Yoches, Reg. 30,120; Barry W. Graham, Reg. 29,924; Susan Habeman Griffen, Reg. 30,907; Richard B. Radien, Reg. 30,415; Thomas H. Jenkins, Reg. 30,809;

POWER OF ATTORNEY: As a named inventor, I hereby appoint the following attorney(s) and/or agent(s) to prosecute this application and transact all business in the Patent and Trademark Office connected therewith. (Ist name and registration number)

Robert E. Converse, Jr., Reg. 27,432; Clair X. Mullen, Jr., Reg. 20,348; Christopher P. Foley, Reg. 31,554; John C. Paul, Reg. 30,413; Roger D. Taylor, Reg. 28,992; David M. Kelly, Reg. 30,953; Kenneth J. Meyers, Reg. 25,146; Carol P. Einaudi, Reg. 32,220; Walter Y. Boyd, Jr., 31,738;

Steven M. Anzalone, Reg 32,095; Jean B. Fordis, Reg. 22,984; Barbara C. Mocurdy, Reg. 32,120; James K. Harmnond, Reg. 31,984; Richard V. Burgujian, Reg. 31,744; J. Michael Jakes, Reg. 32,824; Drk D. Thomas, Reg. 32,600; Thomas W. Banks, Reg. 32,719; Christopher P. Isaac, Reg. 32,616; Bryan C. Diner, Reg. 32,098; M. Paul Barker, Reg. 32,013; Andrew Charlho Sonu, Reg. 33, 457; David S. Forman, Reg. 33,684;

Andrew Chanho Sonu, Reg. 33, 457; David S. Forman, Reg. 33,691; Vincent P. Kovalick, Reg. 32,2867; James W. Edmondson, Reg. 33,871; Michael R. McGurk, Reg. 32,045; Joann M. Neth, Reg. 33,751; Cheri M. Taylor, Reg. 33,216; Charles E. Van Horn, Reg. 40,286; Linda A. Wadler, Reg. 33,218; Jeffrey A. Berkowitz, Reg. 36,743; Michael R. Kelly, Reg. 33,921; James B. monroe, Reg. 33,971

18 70LO 17 7L -	FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW, GARRETT & DUNNER, LL.P. 1300 I Street, N. W. Washington, D.C. 20005-3315 U. S. A.
直接電話連絡先: (名前及び電話番号)	Direct Telephone Calls to: (name and telephone number) FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW, GARRETT & DUNNER, LLP. (202) 408-4000
唯一または第一発明者名	Full name of sole or first inventor
吹上紀明	Noriaki FUKIAGE
発明者の署名 日付 住所	Inventor's signature <u>Noviaki Tukinge</u> Aug. 21, 2000 Residence
日本国.	Tama-Shi, Tokyo-To, Japan
国籍	Citizenship
日本	Japan
私書箱	Post Office Address A-103, Sakuragaoka-Ryo, 1-56-1, Sakuragaoka, Tama-Shi, Tokyo-To, Japan
第二共同発明者	Full name of second joint inventor, if any
第二共同発明者の署名 日付	Second inventor's signature Date
住所	Residence
日本国	, Japan
国籍	Citizenship
日本	Japan
私書箱	Post Office Address
(第三以降の共同発明者についても同様に記載し、署名をすること)	(Supply similar information and signature for third and subsequent joint inventors.)

Send Correspondence to: